

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Off nl gungsschrift  
⑩ DE 196 23 198 A 1

⑤① Int. Cl.<sup>6</sup>:  
C 09 C 1/60  
F 26 B 19/00

②① Aktenzeichen: 196 23 198.1  
②② Anmeldetag: 11. 6. 96  
②③ Offenlegungstag: 18. 12. 97

DE 196 23 198 A 1

⑦① Anmelder:  
Degussa AG, 60311 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:  
Vogler, Conny, Dr., 53332 Bornheim, DE; Vogel, Karl,  
Dr., 63755 Alzenau, DE; Kopietz, Jan, 50374 Erftstadt,  
DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
DE-PS 8 59 509  
DE-AS 10 54 617  
GB 4 04 452

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren zur kontinuierlichen Trockengranulation von Pulverruß

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Trockengranulation von Pulverruß. Die Granulation wird mit Hilfe eines Granulators vorgenommen. Gegenüber den herkömmlich verwendeten Perltrommeln kann dadurch bei vergleichbarer Apparatgröße der Rußdurchsatz um ein Mehrfaches gesteigert werden.

DE 196 23 198 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder ingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 10. 97 702 051/38

15/23

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Trockengranulation von Pulverruß.

Bei der Verarbeitung von Industrierußen werden vorzugsweise granuliert Produkte eingesetzt, die häufig als Rußgranulat, Perlruß oder pelletierter Ruß bezeichnet werden. Zur Granulation der Ruße werden derzeit großtechnisch zwei unterschiedliche Verfahren verwendet, die Naßgranulation in einer Perlmasschine mit anschließender Trocknung und die Trockengranulation in einer Perltrommel. Beide Verfahren haben deutlich unterschiedliche Prozeßparameter, die in engem Zusammenhang mit den physikalischen Vorgängen bei der jeweiligen Agglomeration und mit den resultierenden Pelleteigenschaften stehen.

Für die Naßgranulation werden als Perlmasschinen Granulatoren mit Stachelwelle eingesetzt. Sie bestehen aus einem liegend angeordneten feststehenden Rohr (im folgenden auch als Stator bezeichnet) mit einer darin sich drehenden Stachelwelle. Zwischen der Achse der Stachelwelle und der Rohrwandung befindet sich der für die Granulation zur Verfügung stehende Perlraum. Im Perlraum wird der Ruß vom Einlauf am einen Ende des Rohres zum Auslauf am anderen Ende des Rohres durch die sich drehende Stachelwelle befördert. Dabei erfolgt die Agglomeration durch Abrollen des Rußes an der stehenden Rohrwandung. Die Verweilzeit des Rußes im Mischgranulator kann durch Anbringen einer Stauscheibe am Auslauf oder durch Anheben des Auslaufes gegenüber dem Einlauf verlängert werden. Typische Perlmasschinen haben eine Länge von 1 bis 3,5 m und Durchmesser zwischen 200 und 760 mm.

In der Perlmasschine wird der pulverförmige Industrieruß mit Wasser, gegebenenfalls unter Zusatz eines Bindemittels, intensiv gemischt. Je nach Rußsorte werden bei Wassergehalten zwischen 40 und 60 Gew.-% b zogen auf das Gesamtgewicht kugelförmige Rußpellets erhalten. Die feuchten Pellets werden anschließend in einem weiteren Verfahrensschritt getrocknet.

Bei der Naßgranulation erfolgt die Agglomeration durch Flüssigkeitsbrücken und Kapillarkräfte zwischen den Rußpartikeln. Die Größe der Kapillarkräfte erlaubt vergleichsweise hohe Umfangsgeschwindigkeiten von 10 bis 20 m/s an den Stachelspitzen, wodurch eine intensive Vermischung und die nachfolgende Granulation bewirkt werden.

Die notwendige Verweilzeit für eine gute Ausbildung der Rußpellets liegt bei der Naßgranulation im Bereich von wenigen Sekunden, gewöhnlich unter 20 Sekunden. Durch eine Stauscheibe oder durch Anheben des Auflaufs gegenüber dem Einlauf kann die Verweilzeit bis in den Bereich von einigen Minuten verlängert werden.

Die erzielbare Perlhärte der durch Naßgranulation erhaltenen Rußpellets liegt ohne Einsatz von Bindemitteln im Bereich zwischen 0,1 bis 0,3 N bei Pelletdurchmessern zwischen 1,4 und 1,7 mm.

Für die Trockengranulation werden Perltrommeln eingesetzt, die aus einem ebenfalls liegend angeordneten sich drehenden Rohr bestehen. Der Innenraum des Rohres wird als Perlraum bezeichnet. Zur Granulation wird der pulverförmige Industrieruß gemäß DE 38 32 404 vorverdichtet und in der Perltrommel durch Abrollen an der sich drehenden Rohrwandung granuliert. Die für die Trockengranulation verantwortlichen Van-Der-Waals und elektrostatischen Kräfte sind wesentlich geringer als die bei der Naßgranulation wirkenden Kapillarkräfte. Dementsprechend schonend muß die Granulation durchgeführt werden. Die Umfangsgeschwindigkeit der Perltrommel liegt daher nur bei 1 bis 2 m/s. Bei deutlich höheren Umfangsgeschwindigkeiten unterbleibt die Abrollbewegung aufgrund der hohen Zentrifugalkraft. Weiterhin ist die Krafteinwirkung auf die sich bildenden Pellets so groß, daß diese sofort wieder zerstört werden. Die erzielbare Pellethärte liegt gewöhnlich unter 0,1 N bei Pelletdurchmessern von 1,4 bis 1,7 mm.

Wegen der niedrigen Van-Der-Waals-Kräfte ist es zur Einleitung der Granulation förderlich, dem Ruß Impfgut in Form von vorpelletiertem Ruß zuzugeben. Das Impfgut wird vor Beginn in die Perltrommel gegeben oder kontinuierlich während des Betriebs der Perltrommel in einer Menge von 1 bis 30 Gew.-% bezogen auf die Menge des Pulverrußes zugeführt. Das Impfgut sorgt dafür, daß die für die Agglomeration notwendigen Keime stets in ausreichender Menge zur Verfügung stehen. Bei fehlender Zugabe von Impfgut kann es zum Ausbleiben der Trockengranulation oder zum Pelletzusammenbruch kommen.

Die typische Verweilzeit des Rußes in der Trockenperltrommel beträgt 1 bis 4 Stunden. Um einen ausreichenden Rußdurchsatz (in Kg/h) zu gewährleisten, müssen Trockenperltrommeln wesentlich größer als Perlmasschinen für die Naßgranulation sein. In der Produktion werden Trockenperltrommeln mit Durchmessern von 2 m und Längen von 18 m eingesetzt. Die Füllmengen solcher Trommeln liegen bei mehreren Tonnen. Dagegen b tragen die Füllmengen von Granulatoren nur wenige Kilogramm.

Sowohl bei der Naß- als auch bei der Trockengranulation können Additive zur Erhöhung der Perlhärte und/oder zum Verbessern der Dispergierbarkeit eingesetzt werden.

Naß granuliert Ruße weisen wegen ihrer größeren Perlhärte im allgemeinen auch eine größere Dispergierhärte als trocken granuliert Ruße auf. Sie werden daher hauptsächlich in der Gummi-Industrie eingesetzt. In den hoch viskosen Kautschukmassen lassen sich die naß granulierten Ruße gut dispergieren. Ihre große Perlhärte erlaubt einen leichten Transport in pneumatischen Förderanlagen.

Trocken granuliert Ruße kommen hauptsächlich als Pigmente in Lacken und Kunststoffen zur Anwendung. In diesen Anwendungsfeldern kommen jedoch auch noch in großen Mengen Pulverruße zum Einsatz, welche bei ihrer Handhabung zu einer großen Staubbelästigung am Arbeitsplatz führen können. Diese Staubbelästigung kann nur durch die Verwendung granulierter Ruße vermindert werden. Es ist zu erwarten, daß die Nachfrage nach granulierten Rußen zukünftig steigen wird. Dies erfordert bei den Rußproduzenten wegen der Größe der Anlagen erhebliche Investitionen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Trockengranulation von Rußen anzugeben, welches die Trockengranulation bei gleichem Durchsatz wie in bekannten Trockenperltrommeln in wesentlich kleineren Anlagen ermöglicht oder den Durchsatz bestehender Anlagen erhöht.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Trockengranulation von Pulverruß gelöst, welches dadurch

gekennzeichnet ist, daß die Granulation in einem Granulator mit Stachelwelle durchgeführt wird, wobei die maximale Umfangsgeschwindigkeit der Stacheln zwischen 1 und 6 m/s beträgt und die mittlere Verweilzeit im Granulator auf einen Wert zwischen 20 und 600, bevorzugt zwischen 20 und 180 Sekunden, eingestellt wird.

Wie eingangs erläutert, werden Granulatoren mit Stachelwelle für die Naßgranulation von Rußen eingesetzt. Die dabei zur Anwendung kommenden Umfangsgeschwindigkeiten der Stachelspitzen von 10 bis 20 m/s und die kurzen Verweilzeiten des Rußes im Granulator von nur wenigen Sekunden weichen erheblich von den entsprechenden Bedingungen in Trockenperltrommeln ab. Es wurde nun gefunden, daß bei Verringerung der Umfangsgeschwindigkeiten der Stachelspitzen, das heißt bei Verringerung der Drehzahl der Stachelwelle des Granulators, auf Werte im Bereich zwischen 1 und 6 m/s und durch leichte Erhöhung der Verweilzeit gegenüber der Naßgranulation auf 20 bis 600 Sekunden ein stabiles Granulat erhalten werden kann.

Die Verweilzeiten des Rußes im Granulator sind wesentlich geringer als beim herkömmlichen Trockenperlverfahren. Der Mengendurchsatz  $\dot{m}$  eines Granulators ist gleich dem Quotienten aus der Füllmenge  $m_f$  des Granulators und der mittleren Verweilzeit  $\bar{t}$

$$\dot{m} = m_f / \bar{t}$$

Der Mengendurchsatz eines Granulators ist bei vergleichbarer Größe der Perlräume wesentlich größer als der Mengendurchsatz einer Perltrommel. Die Ursache hierfür ist die wesentlich geringere Verweilzeit des Perlsgutes im Granulator. Es ist überraschend, daß im Granulator trotz der geringen Verweilzeiten Ruße trocken granuliert werden können. Möglich wird die Trockengranulation durch Wahl von Betriebsbedingungen (Verweilzeit und Umfangsgeschwindigkeit der Stachelspitzen), die unüblich für den normalen Betrieb des Granulators bei der Naßgranulation sind.

Der wesentliche Vorteil des neuen Verfahrens beruht auf der Tatsache, daß eine geforderte Produktionsleistung an trocken granulierten Rußen jetzt mit deutlich kleineren Anlagen erfüllt werden kann.

Der Pulverruß wird dem Einlauf des Granulators gewöhnlich mit Hilfe einer Förderschnecke zugeführt. Der Rußdurchsatz beziehungsweise Mengendurchsatz des Granulators ist daher gleich der Förderrate der Förderschnecke und kann somit in weiten Grenzen eingestellt werden. Füllmenge und Verweilzeit können durch Anheben des Auslaufs gegenüber dem Einlauf verlängert werden. Der sich dabei ergebende Winkel zwischen der Achse des Granulators und der Horizontalen kann etwa zwischen 0 und 15° verändert werden.

Füllmenge und Verweilzeit werden weiterhin durch die Drehzahl der Stachelwelle beeinflusst. Bei gleichbleibender Rußzufuhr (konstanter Rußdurchsatz) verringern sich mit steigender Drehzahl die Füllmenge und Verweilzeit proportional zueinander.

Die bevorzugten Verweilzeiten im erfindungsgemäßen Verfahren liegen im Bereich zwischen 20 und 180 Sekunden. Unterhalb von 20 Sekunden ist der Agglomerationsvorgang noch nicht in ausreichendem Maße fortgeschritten, und das Granulat weist daher noch einen hohen Peinanteil von mehr als 20% auf. Verweilzeiten von mehr als 600 Sekunden sind gewöhnlich wegen der nach oben begrenzten Füllmenge nur bei — technisch wenig interessanten — geringen Rußdurchsätzen möglich.

Die geringere Füllmenge des Granulators gegenüber einer Perltrommel mit gleichem Rußdurchsatz ist vorteilhaft. Im Falle einer Störung des Granulationsverfahrens liegen nur entsprechend geringere Mengen des Rußes außerhalb der Spezifikation und müssen entsorgt werden als es bei der Perltrommel der Fall ist.

Während der Trockengranulation ist es vorteilhaft, den Stator des Granulators auf eine Temperatur zwischen 50 und 150, bevorzugt auf 80 bis 120°C zu erwärmen, um ein Verkleben des Rußes mit der Wandung des Stators weitgehend zu unterbinden.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können prinzipiell alle Rußtypen trocken granuliert werden. Es hat sich gezeigt, daß Ruße mit niedriger spezifischer Oberfläche und niedriger Struktur sehr gut granulierbar sind. Ruße mit hoher spezifischer Oberfläche und hoher Struktur sind gut granulierbar. Dagegen sind Ruße mit hoher spezifischer Oberfläche und niedriger Struktur und Ruße mit niedriger spezifischer Oberfläche und hoher Struktur schwer zu granulieren. Zur Einleitung der Agglomeration ist es daher zweckmäßig, dem Pulverruß Rußgranulat als Agglomerationskeime (im folgenden auch als Impfgut bezeichnet) beizumengen. Bevorzugt wird ein Rußgranulat derselben Rußtype, die granuliert werden soll, eingesetzt. Abhängig von den Granuliereigenschaften des Rußes können ihm bis zu 50 Gew.-% Rußgranulat zugemischt werden. Bevorzugt wird das Rußgranulat in einer Menge von 5 bis 15 Gew.-% dem Pulverruß zugemischt. Bei leicht granulierbaren Rußtypen kann die Zugabe von Rußgranulat ganz unterbleiben oder kurze Zeit nach Beginn der Granulation beendet werden.

Eine weitere Verbesserung der Granulierwirkung kann erzielt werden, wenn der Pulverruß auf Stampfdichten im Bereich zwischen 150 und 300 g/l verdichtet wird, bevor er dem Granulator zugeführt wird. Die Vorverdichtung kann in bekannter Weise zum Beispiel mit Hilfe von Vakuumfilterwalzen vorgenommen werden.

Im Rahmen der Erfindung kann die Granulierkapazität bestehender Trockenperltrommeln auch dadurch erhöht werden, daß ihnen ein Granulator zur Vorgranulation des Pulverrußes vorgeschaltet wird. Dadurch kann der Durchsatz der Trockenperltrommeln um den Faktor 1,5 bis 2,5 erhöht werden.

Im folgenden wird das erfindungsgemäße Verfahren anhand einiger Beispiele erläutert. Es zeigen

Fig. 1 Granulator mit Stachelwelle zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Fig. 2 Verfahrensbild zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Fig. 3 Granulator mit nachgeschalteter Trockenperltrommel.

Das erfindungsgemäße Trockengranulationsverfahren kann mit einem Granulator mit Stachelwelle durchgeführt werden. Der Aufbau eines solchen Granulators ist schematisch in Fig. 1 dargestellt. Der Granulator besteht aus einem liegend angeordneten feststehenden Rohr 1, dem Stator, und einer darin axial angeordneten

sich drehenden Stachelwelle 2 mit den wendelförmig angeordneten Stacheln 3. Zwischen der Stachelwelle 2 und dem Stator 1 befindet sich der Pulverraum des Granulators. Der Pulverruß wird dem Granulator am Einlauf 5 zugeführt. Im Bereich des Einlaufs befindet sich auf der Stachelwelle eine Förderschnecke 6, die den Pulverruß in axialer Richtung zum Auslauf 7 fördert. Der Stator 1 ist doppelwandig ausgeführt und erlaubt die Temperierung der Statorwandung mit Hilfe einer Flüssigkeit 8. Längs des Stators befinden sich auf seiner Oberseite Durchgangsbohrungen, durch die Sprühdüsen 9 für Zusatzstoffe eingeführt werden können.

Fig. 2 zeigt das Verfahrensfließbild für die Trockengranulation. Der Granulator 10 kann mit seiner Achse zur Einstellung der Verweilzeit gegenüber der Horizontalen um einen Neigungswinkel von 0 bis 15° geneigt werden. Hierzu wird der Auslauf des Granulators gegenüber dem Einlauf entsprechend angehoben. Pulverruß 11 und gegebenenfalls Impfgut 13 werden aus den Vorlagebehältern 12 und 14 dem Einlauf 15 des Granulators 10 zugeführt. Der Stator des Granulators wird mit Hilfe des Thermostaten 16 auf eine gewünschte Temperatur eingestellt.

Fig. 3 zeigt das Verfahrensfließbild bei Verwendung des Granulators als Vorgranulator vor einer Perltrommel 17.

### Beispiel 1

Mit dem Granulator nach Fig. 1 wurden gemäß dem Verfahrensfließbild von Fig. 2 verschiedene Rußtypen granuliert. Der für alle folgenden Beispiele verwendete Granulator hatte eine Länge von 120 cm und einen Innendurchmesser des Stators von 20 cm. Der Granulator wurde in allen Beispielen auf eine Temperatur von 100°C temperiert. Die Eigenschaften der erfindungsgemäß trockengranulierten Ruße wurden mit den Eigenschaften herkömmlich in einer Perltrommel von 24 m Durchmesser und 18 m Länge im Rahmen der täglichen Produktion trocken granulierter Ruße gleicher Rußtype verglichen. Diese Perltrommel hat zum Beispiel für Ruß 2 (siehe Tabelle 1) einen Rußdurchsatz von 1 t/h bei einer mittleren Verweilzeit von 2,5 h. Die Füllmenge dieser Trommel beträgt somit 2,5 t.

Mit dem Granulator wurden Rußdurchsätze bis 60 Kg/h erzielt. Eine Perltrommel gleicher Größe ist dagegen nur in der Lage maximal 20 Kg/h trocken zu granulieren. Die für die Versuche verwendeten Pulverruße sind mit ihren Eigenschaften in Tabelle 1 aufgelistet.

Tabelle 1

Analytische Daten der verwendeten Pulverruße (Spezifikationen)

	BET [m <sup>2</sup> /g]	DBP [ml/100g]	24M4 DBP [ml/100g]	Stampfdichte [g/l]	
				unverdichtet	verdichtet
Ruß 1	265	123	105	120	220
Ruß 2	120	106	81	120	190
Ruß 3	80	106	80	160	240
Ruß 4	80	72	65	308	360
Ruß 5	45	46	44	260	450
Ruß 6	90	52	46	172	260
Ruß 7	200	48	40	140	300

Die analytischen Daten der Pulverruße wurden nach folgenden Normen bestimmt:

BET DIN 61 132

Jodzahl: DIN 53 582/ASTM D-1510

DBP-Absorption: DIN 53 601/ASTM D-2414

24M4 DBP: ASTM D-3493

Stampfdichte DIN 53 194

An den granulierten Rußen wurden zusätzlich die Gesamtperlhärte, die Einzelperlhärte, die Feinanteile, der Abrieb, die Schüttdichte und die Perlgrößenverteilung nach folgenden Normen ermittelt:

Gesamtperlhärte: ASTM D-1937

Einzelperlhärte: DIN 53 603/ASTM D-3313

Feinanteile/Abrieb: DIN 53 583

Schüttdichte: DIN 53 600/ASTM D-1513

Perlgrößenverteilung: ASTM D-1511

Die Einzelperlhärte wurde abweichend von der DIN-Normung auch an kleineren Perlen mit dem Durchmesser 0,5 mm oder 0,7 mm bestimmt. Dies ist notwendig, weil das Perligut die Perlgrößen 1,4 mm oft in zu geringen Mengen enthält.

Zur Charakterisierung der Perigrößenverteilung sind in den folgenden Tabellen die Größen  $d_{50}$  und  $d_{80}/d_{20}$  angegeben. Diese Werte wurden aus den nach ASTM D-1511 ermittelten Durchgangssummenkurven bestimmt.  $d_{50}$  ist hierbei der theoretische Siebdurchmesser für 50% Durchgang. Für  $d_{80}$  und  $d_{20}$  gilt entsprechendes. Das Verhältnis  $d_{80}/d_{20}$  ist ein Maß für die Verteilungsbreite der Perigrößenverteilungskurve.

Tabelle 2: Ergebnisse der Granulieruntersuchungen

		Ruß 1		Ruß 2	
		Granulator	Trommel	Granulator	Trommel
Rußdurchsatz	[kg/h]	20		40	
Impfgut	[kg/h]	2		4	
Granulator					
-Drehzahl	[min <sup>-1</sup> ]	160		300	
-Umfangsgeschw.	[m/s]	1,7		3,2	
-Neigung	[Grad]	10		10	
Analyt. Daten					
Jodzähl	[mg/g]	277,6	299,2	124	127
DBP	[mL/100g]	122,5	117,3	106	104,8
24M4DBP	[mL/100g]	100	97,4	81	81,3
Feinanteil: 2 min	[g]	6,4	13	8,6	12,8
Abrieb	[g]	11,4	4	14,6	4,6
Gesamtperlhärte	[N]	< 2	8	< 2	< 2
Einzelperlhärte: 0,5 mm	[N]	0,014	0,014	0,007	0,011
Perlverteilung					
$d_{50}$	[mm]	0,8	0,35	0,43	0,43
$d_{80}/d_{20}$		2,3	3,1	4,2	2,1
Schüttdichte	[g/l]	249	301	244	311

Tabelle 2: Fortsetzung

		Ruß 3		Ruß 4		Ruß 5	
		Granulator	Trommel	Granulator	Trommel	Granulator	Trommel
Rußdurchsatz	[kg/h]	40		40		40	
Impfgut	[kg/h]	4		4		4	
Granulator							
-Drehzahl	[min <sup>-1</sup> ]	300		300		300	
-Umfangsgeschw.	[m/s]	3,2		3,2		3,2	
-Neigung	[Grad]	10		10		10	
Analyt. Daten							
Jodzahl	[mg/g]	87,5	82,3	87	81,2	54,5	61,7
DBP	[ml/100g]	109	98,5	73	72,1	44,3	46
24M4DBP	[ml/100g]	80	85,6	62	65,3	44,5	44,1
Feinanteil: 2 min	[g]	2	10	1,8	14,2	3,8	10,6
Abrieb	[g]	8,6	3	10,2	4,8	1,4	4,2
Gesamtperlhärte	[N]	2	2	-	< 2	2	2
Einzelperlhärte: 0,5 mm	[N]	0,012	0,023	0,023	0,012	0,021	0,019
Perlverteilung							
d <sub>50</sub>	[mm]	0,75	0,45	0,68	0,23	0,3	0,23
d <sub>80</sub> /d <sub>20</sub>		1,9	3,1	2,7	3,4	2,6	3,5
Schüttdichte	[g/l]	255	372	369	408	501	511

Tabelle 2: Fortsetzung

		Ruß 6			Ruß 7		
		Granulator	Granulator	Trommel	Granulator	Granulator	Trommel
Rußdurchsatz	[kg/h]	20	20		20	30	
Impfgut	[kg/h]	4	-		20	20	
Granulator							
-Drehzahl	[min <sup>-1</sup> ]	300	300		300	300	
-Umfangsgeschw.	[m/s]	3,2	3,2		3,2	3,2	
-Neigung	[Grad]	10	10		10	10	
Analyt. Daten							
Jodzahl	[mg/g]	102,7	98,6	96,7	230,4	229,2	230,5
DBP	[ml/100g]	48	50,7	52,4	47	48	48,4
24M4DBP	[ml/100g]	46,3	46,7	51,4	39,6	39,2	44,4
Feinanteil: 2 min	[%]	1,6	2,6	12,4	10,8	12	4,8
Abrieb	[%]	1,6	12,8	1,6	2,6	2	3,4
Gesamtperlhärte	[N]	5	6	9	5	3	3
Einzeiperlhärte: 0,7 mm	[N]	0,044	0,042	0,04	0,058	0,062	0,04
Perlverteilung							
d <sub>50</sub>	[mm]	0,5		0,35	0,35		0,66
d <sub>60</sub> /d <sub>20</sub>		2,1		3,8	4,2		2,5
Schüttdichte	[g/l]	414	398	482	454	412	446

## Beispiel 2

Es wurde der Einfluß der Verweilzeit auf das Granulationsverhalten von Ruß 2, welcher ein mittleres Granulationsverhalten aufweist, untersucht. Hierzu wurde bei einem konstanten Rußdurchsatz die mittlere

Verweilzeit durch Ändern der Neigung der Achse des Granulators gegenüber der Horizontalen eingestellt. Die mittlere Verweilzeit wurde aus dem Verhältnis von Füllmenge und Rußdurchsatz ermittelt. Hierzu wurde bei dem jeweiligen Neigungswinkel die sich im stationären Betrieb einstellende Füllmenge ausgewogen. Einstellbedingungen und analytisch Daten des granulierten Rußes sind in Tabell 3 aufgelistet.

**Tabelle 3: Trockengranulation von Ruß 2 bei unterschiedlichen Verweilzeiten**

		Ruß 6			
		Granulator	Granulator	Granulator	Granulator
Rußdurchsatz	[kg/h]	40	40	40	40
Impfgut	[kg/h]	8	8	8	8
Granulator					
-Drehzahl	[min <sup>-1</sup> ]	350	350	350	350
-Umfangsgeschw.	[m/s]	3,7	3,7	3,7	3,7
-Neigung	[Grad]	0	5	10	15
Verweilzeit	[s]	24,7	70,7	75,8	106
Analyt. Daten					
Jodzahl	[mg/g]	119,5	118,9	119,7	120,0
DBP	[mL/100g]	98,1	96,9	99,4	98,4
Feinanteil: 2 min	[%]	20,4	13,4	8,4	7,0
Abrieb	[%]	14	14,4	8,8	2,4
Gesamtperlhärte	[N]	< 2	< 2	< 2	< 2
Einzelperlhärte: 0,7 mm	[N]	0,025	0,025	0,017	0,019
Perlverteilung					
d <sub>50</sub>	[mm]	0,36	0,54	0,6	0,7
d <sub>90</sub> /d <sub>20</sub>		8,5	3,9	4,6	3
Schüttdichte	[g/l]	267	272	270	273

#### Beispiel 3

Ruß 2 wurde verwendet, um die optimale Zugabe von granuliertem Ruß als Impfgut zu ermitteln. Die Impfgutmenge wurde von 10 bis 50% variiert. Die Einstellbedingungen und analytischen Daten sind in Tabelle 4 zusammengefaßt. Mit steigender Impfgutmenge fallen Feinanteil und Abrieb zunächst ab, erreichen bei einer Impfmenge von 30 Gew.-% ein Minimum und steigen dann wieder an. Die Perlgrößenverteilung wird bei höherer Impfgutmenge deutlich eingengt. Die Schüttdichte steigt leicht an. Die Perlhärte wird durch die Impfgutmenge kaum beeinflusst.

Die optimale Zugabe von Impfgut hängt von der zu granulierenden Rußsorte ab. Sie muß für jede Rußsorte



gesondert bestimmt werden.

Tabelle 4: Variation der Impfgutmenge bei der Trockengranulation von Ruß 2

Rußdurchsatz	[kg/h]	40	40	40	40	40	40
Impfgut	[kg/h]	4	8	12	16	20	40
Granulator							
-Drehzahl	[min <sup>-1</sup> ]	300	300	300	300	300	300
-Umfangsgeschw.	[m/s]	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2
-Neigung	[Grad]	10	10	10	10	10	10
Analyt. Daten							
Jodzahl	(mg/g)	122,6	121,3	121,3	122,6	121,3	121,3
DBP	[mL/100g]	106	104	102,5	104,5	106	106
24M4DBP	[mL/100g]	-	-	-	-	1,8	1,8
Feinanteil: 2 min	(%)	5,6	3	1,4	1,6	23,2	23,2
Abrieb	(%)	24,8	17,6	16,3	27,4	< 2	< 2
Gesamtperlharze	[N]	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2
Einzelperlharze, 0,7 mm	[N]	0,014	0,014	0,015	0,014	0,015	0,015
Perlverteilung							
d <sub>50</sub>	[mm]	1,3	0,8	1,08	0,8	0,85	0,85
d <sub>90</sub> /d <sub>10</sub>		2,0	2,1	2,1	1,5	1,5	1,5
Schüttdichte	[g/l]	224	232	236	244	236	236

## Beispiel 4

In einer weiteren Versuchsreihe wurde Ruß 2 mit unterschiedlichen Drehzahlen der Stachelwelle, das heißt unterschiedlichen Umfangsgeschwindigkeiten der Stachelspitzen, granuliert. Die Drehzahl wurde von 150 min<sup>-1</sup> bis 500 min<sup>-1</sup> variiert. Die Einstellbedingungen und analytischen Daten sind in Tabelle 5 zusammengefaßt. Mit steigender Drehzahl nehmen Feinanteil und Abrieb zunächst ab und durchlaufen bei 400 min<sup>-1</sup> ein Minimum, um dann wieder anzusteigen. Bei 500 min<sup>-1</sup> tritt schon eine beträchtliche Perlzerstörung auf. Die Breite der Perlgrößenverteilung (d<sub>90</sub>/d<sub>10</sub>) zeigt das gleiche Verhalten mit einem Minimum bei 400 min<sup>-1</sup>.

Tabelle 5: Variation der Stachelwellendrehzahl bei der Trockengranulation von Ruß 2

	40	8	40	8	40	8	40	8	40	8	40	8	40	8	40	8
Rußdurchsatz	[kg/h]		40	8	40	8	40	8	40	8	40	8	40	8	40	8
Impfgut	[kg/h]		40	8	40	8	40	8	40	8	40	8	40	8	40	8
Granulator																
-Drehzahl	[min <sup>-1</sup> ]		150		250		350		400		450		500		500	
-Umfangsgeschw.	[m/s]		1,6		2,7		3,7		4,2		4,8		5,3		5,3	
-Neigung	[Grad]		10		10		10		10		10		10		10	
-Verweilzeit	[s]						75,8									
Analyt. Daten																
Jodzahl	[mg/g]		121,3		122,6		122,6		122,6		122,6		122,6		122,6	
DBP	[ml/100g]		104		104		103,5		105,5		104		105		105	
24M4DBP	[ml/100g]		-		-		-		-		-		-		-	
Feinanteil: 2 min	[%]		16		12,6		4,8		2,8		9		15,4		15,4	
Abrieb	[%]		38,4		34		13,4		10,2		12,6		9,4		9,4	
Gesamtporlhärte	[N]		< 2		< 2		< 2		< 2		< 2		< 2		< 2	
Einzelporlhärte	[N]		0,016		0,01		0,012		0,014		0,015		0,013		0,013	
Perlverteilung																
d <sub>50</sub>	[mm]		0,85		1,07		0,55		0,56		0,42		0,42		0,42	
d <sub>90</sub> /d <sub>50</sub>			8,5		4,4		2,1		1,8		2,9		4,7		4,7	
Schüttdichte	[g/l]		253		232		224		224		236		236		236	

## Beispiel 5

In einer weit ren Versuchsreihe wurde der Einfluß des Rußdurchsatzes auf das Granulationsverhalten von Ruß 2 untersucht. Der Rußdurchsatz wurde von 10 bis 60 Kg/h variiert. Die Einstellbedingungen und analyti-

schen Daten sind in Tabelle 6 zusammengefaßt. Der Feinanteil schwankt unabhängig vom Durchsatz zwischen 1,4 und 3,2%. Der Abrieb nimmt mit steigendem Durchsatz leicht ab.

Tab lle 6: Variation des Rußdurchsatzes bei der Trockengranulation von Ruß 2

Rußdurchsatz	[kg/h]	10	20	30	40	50	60
Impfgut	[kg/h]	2	4	6	8	10	12
Granulator							
-Drehzahl	[min <sup>-1</sup> ]	300	300	300	300	300	300
-Umfangsgeschw.	[m/s]	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2
-Neigung	[Grad]	10	10	10	10	10	10
Analyt. Daten							
Jodzahl	[mg/g]	122,6	122,6	123,8	121,3	122,6	122,6
DBP	[ml/100g]	104	104,5	106	104	106	104
24M4DBP	[ml/100g]	-	-	-	-	-	-
Feinanteil: 2 min	[%]	2,4	3,2	1,4	3	1,6	2,8
Abrieb	[%]	21,8	23,4	22,2	17,6	17,6	15,6
Gesamtperlhärte	[N]	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2
Einzelperlhärte	[N]	0,017	0,015	0,013	0,014	0,011	0,015
Perlverteilung							
d <sub>50</sub>	[mm]	0,8	1,0	0,68	0,8	0,55	0,5
d <sub>90</sub> /d <sub>20</sub>		2,0	2,0	1,7	2,1	1,9	2,2
Schüttdichte	[g/l]	264	240	236	232	248	248

## Beispiel 6

Der Granulator wurde als Vorgranulator vor einer konventionellen Perltrommel gemäß Fig. 3 eingesetzt, um Ruß 6 zu granulieren. Die Perltrommel hatten einen Durchmesser von 0,6 m und eine Länge von 4,0 m. Bei konventioneller Fahrweise besitzt diese Perltrommel eine Kapazität von 30–50 Kg/h Ruß. Durch Vorschaltung des Granulators konnte die Kapazität etwa um den Faktor 2 erhöht werden. Der Durchsatz wurde in Schritten von 20 Kg/h ausgehend von 10 Kg/h erhöht. Wurde die Perltrommel direkt mit Pulverruß beschickt, so war bis zu einem Durchsatz von 30 Kg/h noch eine Granulation möglich; bei 50 Kg/h erfolgte Perltrommelzusammenbruch. Mit Vorgranulat konnte ein Durchsatz von 70 Kg/h erzielt werden. Zur Vorgranulation von Ruß 6 wurde der Granulator analog zu Beispiel 1 bei einem Rußdurchsatz von 40 Kg/h und einer Impfgutmenge von 11 Kg/h betrieben. Die Drehzahl der Stachelwelle betrug  $350 \text{ min}^{-1}$ . Die Einstellbedingungen der Perltrommel und die analytischen Daten der granulierten Ruße sind in den Tabellen 7 und 8 zusammengestellt.

**Tabelle 7:** Variation des Durchsatzes bei der Trückergranulation in einer 4 m Perltrommel  
Ausgangsmaterial: Pulver; Ruß 6; Stampfdichte des Pulverrußes: 194 g/l

Rußdurchsatz	[kg/h]	10	30	50
Perltrommel				
-Drehzahl	[ $\text{min}^{-1}$ ]	30	30	30
Analyt. Daten				
Jodzahl	[mg/g]	95	95	98,8
DBP	[ml/100g]	51,3	50,7	53,0
Feinanteil: 2 min	[%]	17,6	13,6	k.M.*
Abrieb	[%]	10,8	5	k.M.
Gesamtperlhärte	[N]	3	8	k.M.
Einzelperlhärte: 0,7 mm	[N]	0,073	0,033	k.M.
Perlverteilung				
$d_{50}$	[mm]	0,28	0,17	
$d_{80}/d_{20}$		4,4	2,3	
Schüttdichte	[g/l]	467	476	206

\* ) k.M. = keine Messung, da die Perlbildung zusammenbrach

**Tabelle 8:** Variation des Durchsatzes bei der Trockengranulation in einer 4 m Perltrommel  
Ausgangsmaterial: Vorgranulat; Ruß 6; Schüttdichte des Vorgranulats: 373 g/l

Rußdurchsatz	[kg/h]	10	30	50	70
Perltrommel					
-Drehzahl	[min <sup>-1</sup> ]	30	30	30	30
Analyt. Daten					
Jodzahl	[mg/g]	96,3	96,3	96,3	99,6
DBP	[mL/100g]	52,3	50,7	50,7	52,0
Feinanteil: 2 min	[%]	12	1,4	2,8	2,4
Abrieb	[%]	2,6	5,0	2,4	6,4
Gesamtperlhärte	[N]	8	8	7	4
Einzelperlhärte: 0,7 mm	[N]	0,048	0,057	0,05	0,042
Perlverteilung					
d <sub>50</sub>	[mm]	0,25	0,76	0,4	0,5
d <sub>90</sub> /d <sub>50</sub>		3,2	2,3	3,1	2,1
Schüttdichte	[g/l]	480	456	480	428

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen Trockengranulation von Pulverruß, dadurch gekennzeichnet, daß die Granulation in einem Granulator mit Stachelwelle durchgeführt wird, wobei die maximale Umfangsgeschwindigkeit der Stacheln zwischen 1 und 6 m/s beträgt und die mittlere Verweilzeit im Granulator auf einen Wert zwischen 20 und 600 Sekunden eingestellt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem Pulverruß bis 50, bevorzugt 5 bis 30 Gew.-%, granulierter Ruß als Impfgut zugemischt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Pulver vor dem Granulieren auf eine Stampfdichte von 150 bis 300 g/l vorverdichtet wird.

4. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß dem Granulator eine Trockenperltrommel nachgeschaltet wird.

5

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

10

15

20

25

30

35

40

45

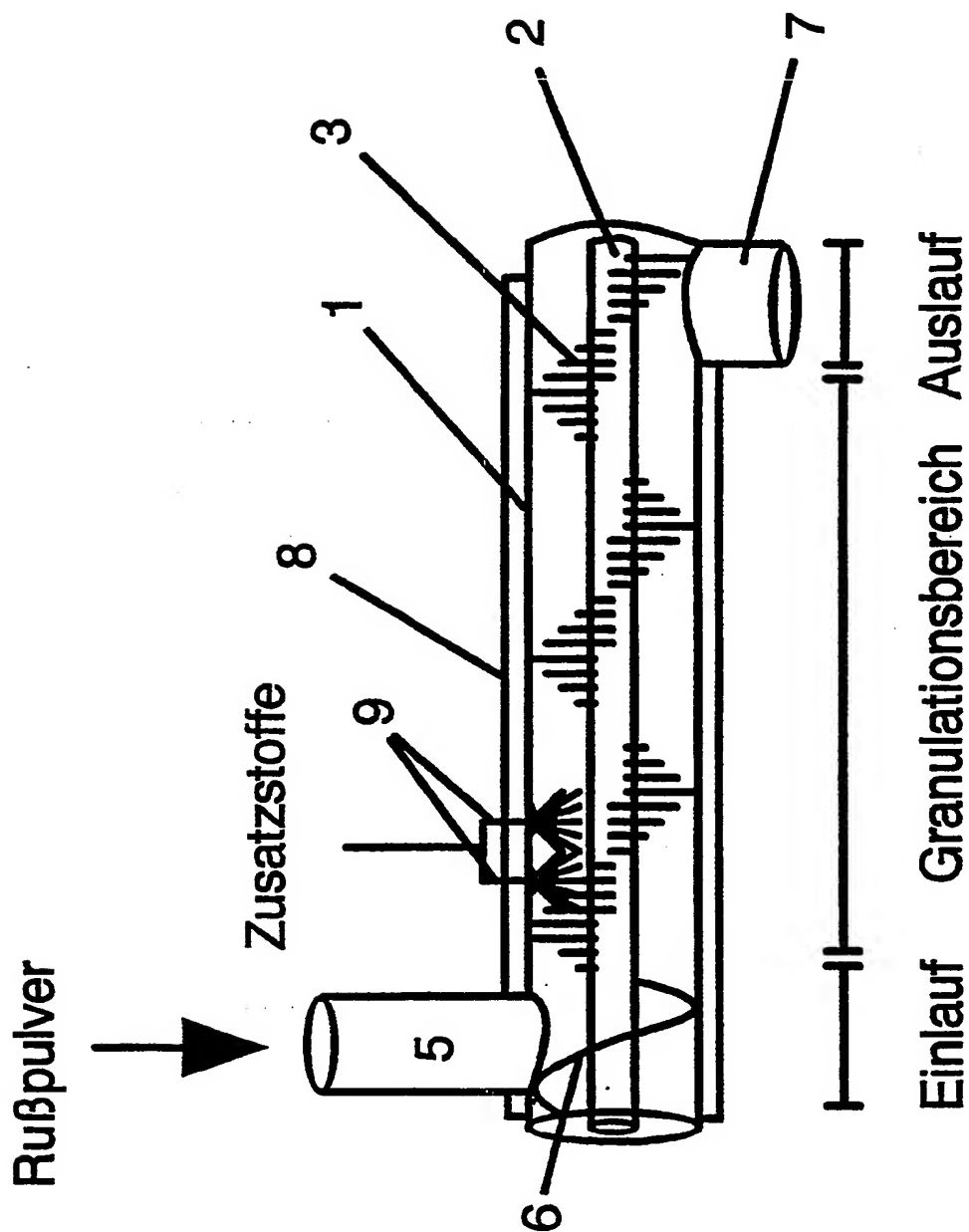
50

55

60

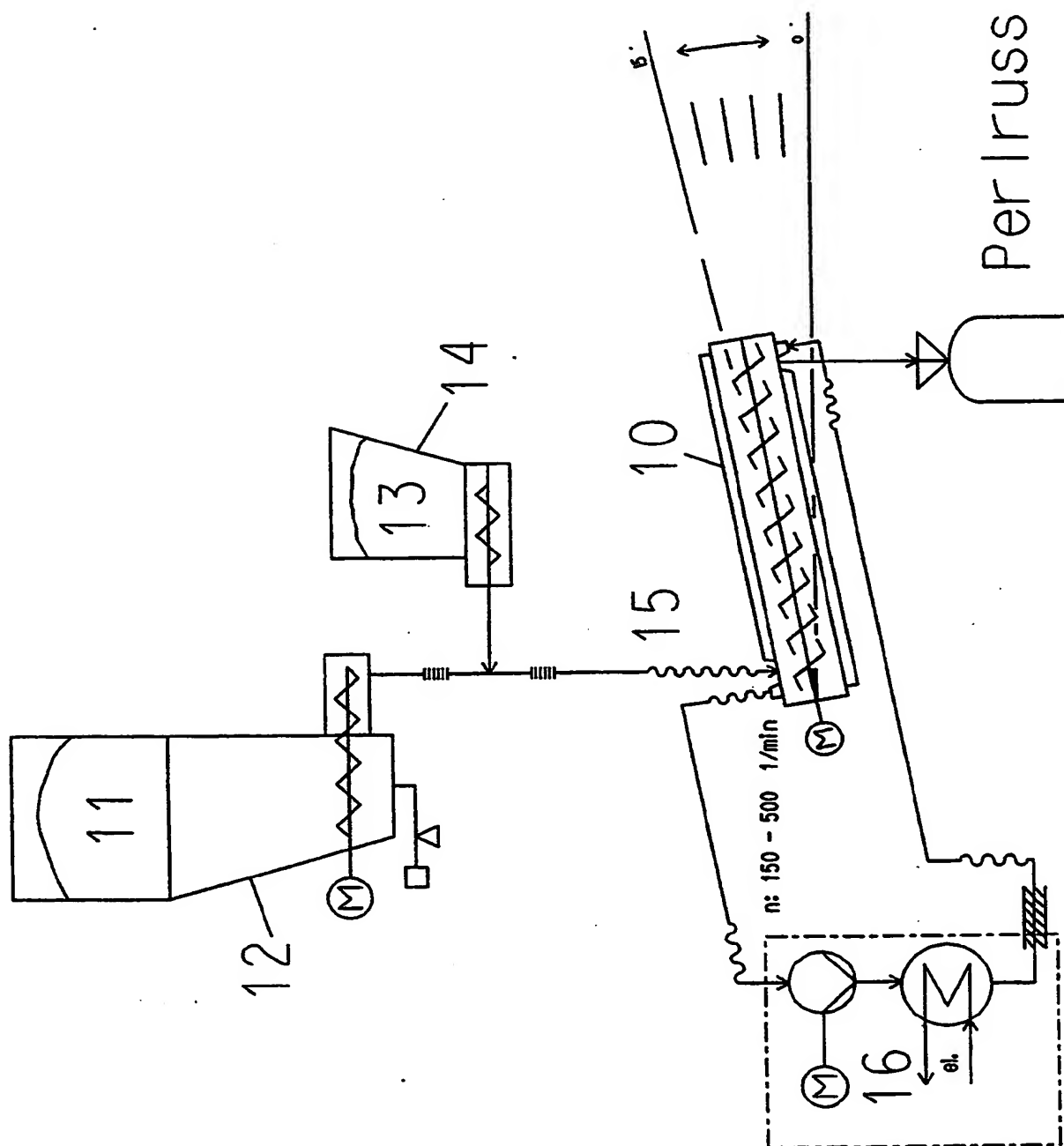
65

- Leerseite -

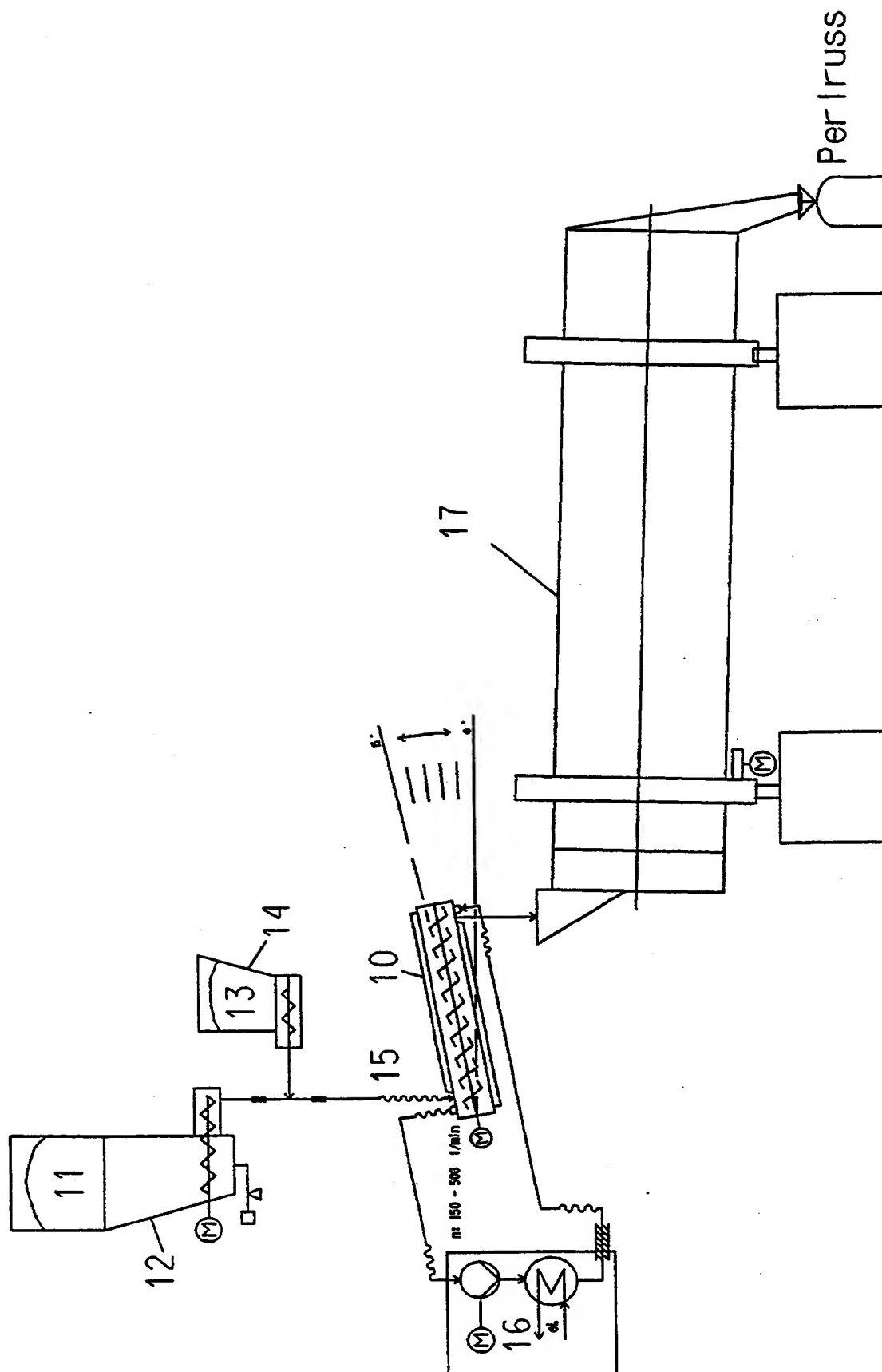


Figur 1





Figur 2



Figur 3

**702 051/38**